



H U D 0 0 0 2 1 7 6 6 2 B

(19) Országkód

HU

MAGYAR  
KÖZTÁRSASÁGMAGYAR  
SZABADALMI  
HIVATALSZABADALMI  
LEÍRÁS

(21) A bejelentés ügyszám: P 95 02951  
(22) A bejelentés napja: 1995. 02. 10.  
(30) Elsőbbségi adatok:  
0184/94 1994. 02. 11. DK  
9426391.0 1994. 12. 30. GB  
(86) Nemzetközi bejelentési szám: PCT/EP 95/00480  
(87) Nemzetközi közzétételi szám: WO 95/21799

(40) A közzététel napja: 1996. 02. 28.  
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi  
Közlönyben: 2000. 03. 28.

(11) Lajstromszám:

217 662 B

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>C 03 C 13/00  
C 03 C 13/06

(72) Feltaláló:  
Jensen, Soren Lund, Koppenhága (DK)

(73) Szabadalmaz:  
Rockwool International A/S, Hedehusene (DK)

(74) Képviselő:  
S. B. G. & K. Budapesti Nemzetközi Szabadalmi  
Iroda, Budapest

## (54) Üvegszerű műrost szálak és termékek

## KIVONAT

A találmány tárgya üvegszerű műrost szálak, amelyek olyan készítményből állíthatók elő, amelynek összetétele az oxidokra számítva az alábbi:

SiO <sub>2</sub>	45–60 tömeg%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,5–4 tömeg%
TiO <sub>2</sub>	0,1–4 tömeg%
FeO	5–12 tömeg%
CaO	10–25 tömeg%
MgO	8–18 tömeg%
Na <sub>2</sub> O	0–4 tömeg%

K <sub>2</sub> O	0–2 tömeg%
Na <sub>2</sub> O+K <sub>2</sub> O	0–6 tömeg%
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	2–10 tömeg% és
egyéb	0–10 tömeg%.

A találmány szerint úgy járnak el, hogy a megfelelő nyersanyagokból elegyet képeznek, majd ezeket szokásos módon feldolgozzák.

A találmány szerinti üvegszerű műrostok számos előnyös jellemzővel rendelkeznek, mint például jó oldhatósági sebesség és tartósság.

BEST AVAILABLE COPY

A találmány tárgya üvegszerű műrostok (MMVF), amelyek tartósan használhatók, továbbá biológiai nedvekben oldhatók és emiatt környezetileg elfogadhatók, valamint könnyen rendelkezésre álló anyagokból alkalmas eljárásokkal állíthatók elő.

Az MMV rostokat üvegszerű olvadékból, mint például kőzet, salak, üveg vagy egyéb ásványi olvadékokból állítják elő. Az olvadék, amelyet egy ásványianyagkeverék valamely kemencében történő olvasztásával állítanak elő, kívánt analitikai összetételű. A készítményt, illetve keveréket általában különféle kőzetek vagy ásványi anyagok elegyítésével nyerik, amely elég ezt követően a kívánt analitikai jellemzőkkel és összetétellel rendelkezik.

Ugyan nincs tudományos bizonyíték arra, hogy az MMV rostok, illetve szálak gyártásával vagy felhasználásával kapcsolatban egészségügyi veszély állna fenn, kereskedelmi szempontból fontos, hogy a gyártók olyan MMV rostokat állítsanak elő, amelyek a kívánt MMV rost fizikai jellemzőit megőrzik (például magas hőmérsékleten tartósak, illetve nedves körülmények közötti tartósságuk nagy), ugyanakkor javított biológiai biztonságot szolgáltatnak.

A javult biológiai biztonság jellemzője általában in vitro tesztvizsgálatokkal határozható meg, amelynek során megvizsgálják a rostok olyan folyadékokban való oldhatóságát, illetve lebonthatóságát, amelyek a tüdőben található nedveket szimulálják, mint például Gamble oldatban körülbelül pH 7,5, mint például pH 7,4–7,8 érték közötti viselkedést határozzák meg.

Számos szabadalmi bejelentést tettek közzé, amelyekben olyan szálakat vagy rostokat írtak le, amelyek in vitro tesztvizsgálatban javított oldhatósági sebességgel rendelkeznek. Ilyen szálakat írtak le például a WO 87/05007 számú, a WO 89/12032 számú, az EP 412878 számú, az EP 459897 számú, a WO 92/09536 számú, a WO 93/2251 számú és a WO 94/14717 számú szabadalmi bejelentésekben.

A fenti szabadalmi bejelentésekben leírt szálak és rostok többségének jellemzője, hogy in vitro tesztvizsgálatokban a fentiek szerint javított oldódási sebességet mutatnak, azaz ezek a rostok csökkentett alumíniumtartalmúak, például a WO 87/05007 számú szabadalmi bejelentésben leírták, hogy a rostokban az  $Al_2O_3$ -mennyiség 10 tömeg% alatti legyen. Az üvegyapot és a salakgyapot alumíniumtartalma általában 5–15 tömeg% közötti ( $Al_2O_3$  tömegben mérve), és ezek közül számos biológiailag felhasználható szál vagy rost 4 tömeg% alatti, gyakran 2 tömeg% alatti alumíniumtartalommal rendelkezik.

Egy másik jellemző, hogy a szálakba foszfort kell beépíteni abból a célból, hogy az oldódási sebességet növeljük. Például a WO 92/09536 számú szabadalmi bejelentésben leírták, hogy a  $P_2O_5$  tömegaránya az  $Al_2O_3$  és vas-oxid összegére vonatkoztatva körülbelül 0,4–6 közötti, előnyösen körülbelül 0,5–2 közötti legyen, az EP 412 878 számú szabadalmi bejelentésben pedig leírták, hogy amennyiben az  $Al_2O_3$  mennyisége több mint körülbelül 1 tömeg%, akkor a szálban legalább 0,1 tömeg%  $P_2O_5$  alkalmazása szükséges.

A szakirodalomban ezenkívül ismert az a tény, hogy szálak és nem szálak ásványi termékekben a  $P_2O_5$  mennyiségének növelése megnöveli az oldhatóságot és csökkenti a tartósságot. Például ezt leírták Uhlman 1978. 359–365; Ceramic Bulletin Volume 57 No. 6, 1978, Ohta, 602; és Indian Ceramics, 1968. július, Mitra, 97–102; Materials Research Society Proceedings, McVay, Volume 26, Plodinec 755–761; és Glasuren és Ihre Farben 1973 közleményekben.

- 5 Ugyan a  $P_2O_5$  bevezetése és az  $Al_2O_3$  teljes vagy jelentős eltávolítása az in vitro oldhatósági tesztvizsgálatokban kielégítő oldhatóságot eredményez körülbelül pH 7,5 érték mellett, azonban az ilyen készítményekkel szembeni követelményekkel kapcsolatosan számos probléma merül fel. Részletesebben, amennyiben ilyen készítményt alkalmazunk, számos kőzet vagy salakgyapot gyártási eljárásban, illetve termékek jelen levő előny nem biztosítható. Az ilyen készítményeket általában könnyen előállítható anyagokból és anyagkeverékekből állítják elő olyan eljárásokkal, amelyeket a termékek jó termeléssel történő előállítására dolgoztak ki.
- 10 A megfelelő termelés és előállítás azt igényli, hogy a termékek olyan olvadási viszkozitási jellemzőkkel rendelkezzenek, amelyek viszonylag pontosan szabályozhatók, mivel, amennyiben a viszkozitás jelentősen változik és eltér az optimális értéktől, ez a termék előállítási eljárására jelentős és nem kívánatos hatást gyakorolhat. Például ez a jellemző jelentősen befolyásolhatja a szál átmérőjét és a szemcsésedés százalékát (durva szálak vagy gyöngyök) a termékekben. Az olyan készítmények, amelyek ismertek olyan szálakhoz vezetnek, amelyek in vitro oldhatósága 7,5 pH-érték körüli, általában nem megfelelő olvadékvizkozitási tulajdonsággal rendelkeznek, és általában csak a nyersanyagok igen gondos megválogatásával állíthatók elő.
- 25 Az MMVF termékek összetételükből eredő kívánt jellemzője, hogy ezek hőstabilak és igen tartósak. Az üvegyapot jellemzően általában körülbelül 650 °C hőmérsékletértékig hőstabil, a kőzetgyapot pedig általában hőmérséklettel szemben ellenálló körülbelül 1000 °C hőmérséklet értékig. Megkívánt, hogy az MMVF termékek igen jó hő és mechanikai stabilitásúak legyenek, még akkor is, amennyiben hosszabb ideig környezeti nedvesség hatásának kitéttek. Például az olyan MMVF termékek, amelyeket tűzvédelem, zajvédelem vagy hangvédelem céljára alkalmaznak, igen sokáig azon a helyen maradnak, amelyen az alkalmazás történik, és ebből eredően ismétlődően különféle változó atmoszferikus nedvességtartalommal érintkezhetnek. Megkívánt, hogy egyes jellemzők az ilyen hosszadalmas alkalmazás során semmiképpen se szenvedjenek elfogadhatatlan csökkenést.
- 30 A fent idézett szakirodalomban, mint például az Uhlman, Ohta, Mitra, Plodinec és Glasuren által közzétett tanulmányokban leírták, hogy amennyiben a szálakban foszfát van jelen, ez a szálak tartósságát csökkenti. Mivel a foszfátot abból a célból vezetik be a szálakba, hogy körülbelül pH 7,5 érték között azok oldhatóságát megnöveljék, előre jelezhető, hogy hasonló pH-érték körül a környezeti nedvességgel szembeni tartósságuk ilyen esetekben csökken.
- 35
- 40
- 45
- 50
- 55
- 60

A találmány tárgya olyan MMVF termékek, amelyek in vitro tesztvizsgálatban igen jó oldási sebességgel rendelkeznek, és amelyeket nem költséges kiindulási anyagokból könnyen előállíthatunk, továbbá, amelyek hosszas alkalmazás esetében is igen jó tartósságot mutatnak, és például igen jó termostabilitásúak és tűzállóak, valamint egyéb tulajdonságaik is megfelelő szinten maradnak.

A leírásban az elemanalízis-értékeket az oxidokra vonatkoztatva tömegértékben adjuk meg. Az egyszerűség kedvéért a vas-oxidot  $\text{FeO}$  értékben számoltuk, habár a vas egy része a készítményben  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  formájú is lehet.

A találmány tárgya MMVF termék, amely az alábbi oxid tömegarányval rendelkező keverékből állítható elő:

$\text{SiO}_2$	45–60 tömeg%
$\text{Al}_2\text{O}_3$	0,5–4 tömeg%
$\text{TiO}_2$	0,1–4 tömeg%
$\text{FeO}$	5–12 tömeg%
$\text{CaO}$	10–25 tömeg%
$\text{MgO}$	8–18 tömeg%
$\text{Na}_2\text{O}$	0–4 tömeg%
$\text{K}_2\text{O}$	0–2 tömeg%
$\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$	0–6 tömeg%
$\text{P}_2\text{O}_5$	2–10 tömeg%
Egyéb	0–10 tömeg%

Ezek a szálak in vitro tesztvizsgálatban (az alábbiakban bemutatott vizsgálatokban) igen jó oldhatóságot mutattak, és meglepő módon azt találtuk, hogy a foszfát bevezetése a megadott mennyiségű titán, vas, kalcium és magnézium mennyiségével kombinációban olyan szálakat eredményez, amelyek ugyan tartósak és egyéb mechanikai jellemzőik is megfelelőek (mint például az alább bemutatott jellemzők), annak ellenére, hogy hosszabb ideig környezeti nedvességgel érintkeznek igen jó oldhatóságuk ellenére, amely oldhatóságot körülbelül semleges pH-érték mellett in vitro tesztvizsgálatokban mutattuk ki.

A találmány szerinti készítmény ezen túlmenően szokásos és könnyen rendelkezésre álló nyersanyagokból és nyersanyagkeverékekből állítható elő. Például nincs szükség arra, hogy az alumíniumot kizárjuk, ehelyett ennek jelenléte legalább 0,5 tömeg% mennyiségben szükséges. Hasonlóan nincs szükség arra, hogy a titán jelenlétét kizárjuk, hanem ehelyett legalább 0,1 tömeg%-ban jelen kell legyen a készítményben. Ezen túlmenően jelenléte egyben a termék előnyös jellemzőihez is hozzájárul. Hasonlóan nem szükséges a vas jelenlétének kiküszöbölése vagy ennek minimális értékre csökkentése, hanem a vas a készítményben legalább 5 tömeg% mennyiségben szükséges.

Az analízis során kimutatott további előny, hogy a találmány szerinti készítmény igen jó olvadékvizkozitással rendelkezik, amely elősegíti a gyártási eljárást.

A készítmény viszkozitása 1400 °C hőmérsékleten általában legalább 1,0 Pa·s és előnyösen legalább 1,8 Pa·s. Ez a viszkozitás akár lehet legfeljebb 7,0 Pa·s (70 poise) érték is, azonban értéke általában 4,0 Pa·s (40 poise) alatti, és előnyösen nem nagyobb mint 3,0 Pa·s (30 poise) érték. A fenti értékek biztosítására a megfelelő komponensek arányát változtathatjuk.

Az 1400 °C hőmérsékleten mért viszkozitásértéket Pa·s értékben a Bottinga és Weill, American Journal of Science Volume 272, 1972. május, 455–475. oldal közleménynek megfelelően számítottuk. Mivel a számításban a  $\text{P}_2\text{O}_5$  jelenléte nem szerepel, a  $\text{P}_2\text{O}_5$  jelenlétét általában úgy vesszük figyelembe, hogy 1 mol%  $\text{P}_2\text{O}_5$  mennyiséget 2 mol%  $\text{SiO}_2$  + 1 mol%  $\text{CaO}$  ekvivalensének tekintjük. A laboratóriumi tesztvizsgálatok bizonyították, hogy ez a közelítés az adott kémiai határértékeken belül (koncentráció) megfelelő.

Az  $\text{SiO}_2$  mennyisége általában legalább 50 tömeg%. Szokásos esetben ez a mennyiség nem több mint körülbelül 56 tömeg% és előnyösen nem több mint 54 tömeg%.

Az  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mennyisége általában legalább 1 tömeg%, előnyösen legalább 1,5 tömeg%. Ez a mennyiség szokásos esetben nem több mint 3 tömeg%, és előnyösen nem több mint 2,5 tömeg%.

A  $\text{TiO}_2$  mennyisége szokásos esetben legalább 0,2 tömeg%. Gyakori esetben ez nem több mint 2 tömeg%. Igen gyakran a 0,2–0,6 tömeg% mennyiség megfelelő hatást biztosít.

A vas mennyisége ( $\text{FeO}$  értékben meghatározott) szokásosan legalább 6 tömeg%, azonban normális esetben nem több mint 10 tömeg%, előnyösen nem több mint 8 tömeg%.

Lehetséges olyan MMVF termékek előállítását, amelyekben a vas teljes mennyiségében vagy zömében vas(III) állapotú, a találmány szerinti készítményben azonban előnyös, hogy a vas  $\text{Fe(II)}$  állapotú legyen, előnyösen legalább 70 tömeg%-ban, és legelőnyösebben legalább 80 tömeg% mennyiségben. Például a vas legalább 90 tömeg%-ú mennyisége gyakran vas(II)-formában található a találmány szerinti MMVF termékekben. Ez javítja a termék kémiai és mechanikai jellemzőit.

A  $\text{CaO}$  mennyisége általában legalább 15 tömeg%. Általában ez a mennyiség a készítményben maximálisan 23 tömeg%, de ez előnyösen nem lehet több mint 20 tömeg%.

Az  $\text{MgO}$  mennyisége a készítményben általában legalább 9 tömeg%. Előnyösen ez a mennyiség nem több mint 16 tömeg%. Ez a mennyiség általában nem több mint 14 tömeg% vagy ez alatti, és gyakran nem több mint 11 tömeg%. A 9–14 tömeg%  $\text{MgO}$  vassal történő kombinációja lehetővé teszi, hogy a termék jó zsugorodási hőmérséklettel és olvadási jellemzőkkel rendelkezzen.

A teljes alkálifémtartalom általában legalább 0,1 tömeg%, azonban általában nem több mint 4 tömeg%, és előnyösen nem több mint 2 tömeg%. Ennek megfelelően a nátrium, illetve a kálium mennyisége egyenként előnyösen nem nagyobb, mint 3 tömeg%.

A  $\text{P}_2\text{O}_5$ -tartalom a készítményben általában nem több mint 6 tömeg%, azonban ez lehet például egészen 9 tömeg% érték is. A fenti anyag mennyisége általában legalább 3 tömeg%.

A találmány szerinti készítményben található egyéb elemek különféle mennyisége összesen nem több mint 10 tömeg%, és általában nem több mint 6 tömeg%, elő-

nyösen nem több mint 3 tömeg%. Egyéb alkalmazható elemek a  $B_2O_3$ , a  $BaO$ , a  $ZrO_2$ , az  $MnO$  és a  $ZnO$ . Amennyiben a termék borátot tartalmaz, ennek mennyisége általában nem több mint 5 tömeg%, és rendszerint kisebb, mint a  $P_2O_5$  mennyisége.

Amennyiben körülbelül 6–7 tömeg% vas-oxidot alkalmazunk körülbelül 20–23 tömeg% kalcium-oxidokkal együttesen, ez azt az előnyt biztosítja, hogy a keverék ebből a nyersanyagból könnyen előállítható megfelelő salakkonverter alkalmazásával, azonban kívánatos lehet, hogy egyéb anyagokat is alkalmazzunk abból a célból, hogy a kalcium mennyiségét csökkentsük.

Előnyös terméket állíthatunk elő, amely könnyen megmunkálható és különösen előnyös jellemzők kombinációjával rendelkezik az alábbi készítményből, amelyben az oxidok tömegaránya a következő:

$SiO_2$	50–56 tömeg%
$Al_2O_3$	1,5–2,5 tömeg%
$TiO_2$	0,1–1,5 tömeg%
$FeO$	6–8 tömeg%
$CaO$	15–25 tömeg%
$MgO$	8–12 tömeg%
$Na_2O$	0–2 tömeg%
$K_2O$	0–2 tömeg%
$Na_2O+K_2O$	0,1–3 tömeg%
$P_2O_5$	3–6 tömeg%
Egyéb	0–5 tömeg%

A  $CaO$  mennyisége előnyösen 15–23 tömeg%, gyakran 20–23 tömeg%, és az  $MgO$  mennyisége előnyösen 9–11 tömeg%.

A zsugorodási hőmérséklet előnyösen legalább 800 °C, és legelőnyösebben legalább 900 °C érték, rendszerint 950 °C érték körüli. A zsugorodási hőmérsékletet az alábbi eljárással határozzuk meg.

5×5×7,5 cm méretű tesztvizsgálatnak alávetendő szálkészítményből készült ásványi gyapotmintákat helyezünk egy 700 °C hőmérsékletre előmelegített kemencébe. 1,5 órán át a mintát zsugorítási és térfogatcsökkenési kezelésnek vetjük alá, majd ezt követően a minta zsugorodását értékeljük. Ezt követően az eljárást újabb esetekben friss mintával megismételjük, amely esetekben a kemence hőmérséklete mindenkor 50 °C értékkel magasabb, mint az előző vizsgálatnál a kemence hőmérséklete, amely előző hőmérséklet esetében nem tapasztaltunk zsugorodást vagy túlzott térfogatcsökkenést a mintában.

A minta oldódási sebességét stacionárius vagy átfolyási technikával határozhatjuk meg. Amennyiben az oldódási sebességet stacionárius eljárással mérjük, mint az alábbiakban bemutatott eljárás, a pH 7,5 érték melletti oldhatóság előnyösen legalább körülbelül 20 nm/nap érték. Ez az oldódási sebesség lehet például egészen 50 nm/nap vagy ennél magasabb is. Amennyiben ez előnyös, az oldódási sebességet átfolyási módszerrel mérjük, amint ezt az alábbiakban bemutatjuk, az oldhatóság pH 7,5 érték mellett előnyösen legalább 40 és legelőnyösebben legalább 50 nm/nap érték. Ez az érték például lehet akár 100 nm/nap vagy ennél magasabb is, mint például egészen 150 nm/nap érték.

A készítményt jellemzően úgy állítjuk elő, hogy megfelelő mennyiségben természetesen előforduló kőzetet és homokanyagot elegyítünk, továbbá visszanyert hulladék anyagokat keverünk, amelyek lehetnek salak, konvertersalak, üveg, öntődei homok, mészkő, magnézit, brucit, talkum, szerpentin, piroxenit, apatit, kalcium-metaszilikát, kvarchomok, olivinhomok, vasérc, dolomit, illetve MMVF hulladék.

A készítményt olvadékká a szokásos eljárással alakíthatjuk, például elektromos kemencében vagy kúpóló-kemencében. A találmány szerinti eljárás előnye, hogy a készítmény könnyen, célszerűen alacsony hőmérsékleten folyékonnyá tehető, miközben 1400 °C hőmérsékleten megtartja megfelelő viszkozitását.

Az olvadékat szálakká a szokásos eljárással alakíthatjuk, például csévével fonó eljárással vagy kaszkádrótor eljárással, amelyet például leírtak a WO 92/06047 számú szabadalmi bejelentésben.

Az olvadék előállítását előnyösen redukáló körülmények között végezzük, mint például kúpólókemencében, és így a vas(II)ion mennyiségét a vas(II)ionra vonatkoztatva a maximálisra növeljük.

A szálakat MMVF termékekké alakíthatjuk a szokásos eljárással úgy, hogy a szálakat valamely kötőanyag jelenlétében rétegezzük, amely kötőanyag a termék mennyiségére vonatkoztatva körülbelül 0,5–4 tömeg%, előnyösen 1–2 tömeg% mennyiségben alkalmazott. Az alkalmazott kötőanyag lehet bármely szokásos MMFV kötőanyag.

A találmány szerinti szálak külső nedvességgel szembeni tartóssági ellenállását hosszabb időtartamon át úgy határozhatjuk meg, hogy az alábbiak szerint meghatározzuk a dinamikus kompressziós visszaalakulás- és dinamikus kompressziós megnyúlásértékeket vagy rugalmassági értékeket, és így megadjuk az alábbi eljárással a szálatartóssági indexét. Előnyös találmány szerinti termékek, amelyek olyan MMV szálak előállítására alkalmasak, amelyeknek dinamikus kompressziós visszaalakulási indexe (az alábbiakban dinamikus visszanyerési 2 index) legalább 67 mm, előnyösen legalább 75 mm, és például egészen 95 mm vagy ennél nagyobb. Előnyös találmány szerinti termékek dinamikus kompressziós rugalmassági indexe (amely az alábbiakban dinamikus visszanyerés 80% jellel jelölt) legalább 50 mm, és legelőnyösebben legalább 60 mm. Például ezek az előnyös anyagok akár 80 mm vagy nagyobb értékkel is rendelkezhetnek. Az előnyös találmány szerinti termékek szálltartóssági indexe az alábbiak szerint meghatározva nem nagyobb mint 3, és előnyösen 2 vagy ennél kisebb érték.

A találmány tárgykörébe továbbá beleértünk olyan terméket, amely azzal jellemezhető, hogy mesterséges üvegszerű műrost, amely a fentiekben megadott összetételű elegyből készül. Ezek a szálak átfolyási oldódási sebessége pH 7,5 érték mellett legalább 60 nm/nap, továbbá dinamikus visszanyerésük (2) legalább 75 mm, és dinamikus visszanyerésük (80%) legalább 60 mm. Ez a jellemző együttes és kombináció igen előnyös, és előre nem jelezhető, hogy ezt hogyan érhetjük el a megadott mennyiségű  $Al_2O_3$ ,  $P_2O_5$  és  $TiO_2$  alkalmazásával a készítményben.

A leírásban a stacionárius eljárással az oldódási sebességet az alábbi tesztvizsgálat szerint határozzuk meg:

300 ml szálát helyezünk polietilénedényekbe, amelyek 500 ml módosított Gamble-oldatot (például komplexálószerrel módosított) tartalmaznak, amelyeknek pH-értéke 7,5, illetve 4,5 értékre beállított. Napi egy alkalommal az oldat pH-értékét ellenőrizzük, és amennyiben szükséges, sósav segítségével ezt a megfelelő értékre módosítjuk.

A tesztvizsgálatot egy hét időtartam alatt végezzük. A termékeket 37 °C hőmérsékletű vízfürdőben kell tartani a tesztvizsgálat során, és napi két alkalommal erősen össze kell rázni az elegyeket. Az oldatból egy és négy nap elteltével mintákat kell venni, és ezeket Si-tartalom vonatkozásában Perkin–Elmer atomabszorpciós spektrofotométer segítségével analizálni szükséges.

A módosított Gamble-oldat az alábbi összetételű:

	g/l
MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	0,212
NaCl	7,120
CaCl <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O	0,029
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,079
Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0,148
NaHCO <sub>3</sub>	1,950
(Na <sub>2</sub> -tartarát)·2H <sub>2</sub> O	0,180
(Na <sub>3</sub> -citrát)·2H <sub>2</sub> O	0,152
90% tejsav	0,156
Glicin	0,118
Na-piruvát	0,172
Formalin	1 ml

Minden egyes minta esetében a szálátmérő-eloszlást úgy határoztuk meg, hogy legalább 200 egyenkénti szálát mértünk metszeti eljárással vagy optikai mikroszkóp (1000-szeres nagyítás) segítségével vagy elektronmikroszkópos szkenneléssel. A leolvasott értékekből az egyes szálminták fajlagos felületét határoztuk meg, figyelembe véve a szálak sűrűségét.

Figyelembe véve az SiO<sub>2</sub>-oldódást (vázoldódás), a kioldódott fajlagos vastagságot meghatároztuk, és az oldódás sebességét megadtuk (nm/nap). A számításokat a szálak SiO<sub>2</sub>-tartalma alapján végeztük, továbbá figyelembe vettük a fajlagos felületet és az Si oldott mennyiségét.

Az átfolyási eljárással az oldódási sebességet az alábbiak szerint határoztuk meg: 500 mg szálát helyeztünk polikarbonátszűrő tartóra (átmérő 40 mm). Az eljárás során a berendezés tetejére a bemenethez 0,5 µm-es szűrőt helyeztünk, és a berendezés aljára a kimeneti oldalra 0,2 µm-es szűrőt tettünk abból a célból, hogy a szálak veszteségét a tesztvizsgálat során megakadályozzuk. Mindkét szűrő cellulóz-nitrátból készült. A Gamble módosított oldat áramlási sebességét 100–110 ml/nap értéken tartottuk perisztaltikus szivattyú segítségével. A szálfelület területre vonatkoztatott folyadékáramaránya 0,02–0,03 µm/s volt.

Az oldat pH-értékét 7,7±0,2 értéken tartottuk úgy, hogy ezen N<sub>2</sub>/CO<sub>2</sub> (95/5) gázelegyet buboréktartunk át. A pH=4,5 értékű oldat esetében az oldathoz 3,7 ml/l mennyiségű sósavat adagoltunk. A teljes berendezést,

beleértve a tárolótartályokat, 37±0,7 °C hőmérsékleten tartottuk. A kifolyó oldatot hetente egyszer 2 órán át gyűjtöttük, majd Si- és Ca-tartalmát meghatároztuk. Az analízist Perkin–Elmer atomabszorpciós spektrofotométerrel (AAS) végeztük. A mérés további részleteit leírták az Environmental Health Perspectives, Volume 102 Supplement 1994. október 5., 83 közleményben.

A szálak dinamikus kompressziós stabilitási tesztvizsgálatát olyan MMVF termékeken végeztük, amelyek adott jellemzőjűek, azaz kötőanyag-tartalmuk 1,4 tömeg%, sűrűségük 30 kg/m<sup>3</sup> és vastagságuk 100 mm. Az ilyen termékeket megfelelő kötőanyag jelenlétében szokásos szál egymásra helyezési eljárással vagy egymásra rétegzési eljárással állítjuk elő.

A fenti termékből nyert 200 mm×200 mm területtel rendelkező tesztvizsgálati mintadarabot 28 napon át 70 °C hőmérsékletű és 100% relatív nedvességtartalmú levegővel érintkeztettük. A felületre 0,25 kN/m<sup>2</sup> terhelést alkalmaztunk, és megmértük a minta összenyomódásának mértékét mm értékben. Ezt követően további 0,25 kN/m<sup>2</sup> erőt alkalmaztunk, és megmértük, hogy ebben az esetben a mintadarab milyen mértékben nyomódik össze. Ezt követően a teljes terhelést eltávolítottuk, majd megmértük, hogy a mintadarab milyen magasságértékig regenerálódik. Ez az érték a dinamikus visszanyerés (2) érték. A magas érték azt jelzi, hogy a szálerősség igen nagy mértékben megmarad, annak ellenére, hogy magas nedvességtartalommal érintkezett a termék.

A dinamikus kompressziós rugalmasságot úgy mértük, hogy a tesztvizsgálati mintadarabot a fentiek szerint öregítettük úgy, hogy ezt 20 mm magasságig a terhelés összenyomja (azaz 80%-os kompressziót értünk el). Ezt a terhelést 1 percen át fenntartottuk. Ezt követően a terhelést eltávolítottuk, majd a visszanyert magasságot mértük. Ez a dinamikus visszanyerés (80%) érték. Ebben az esetben is a nagyobb érték nagyobb rugalmasságot jelent, és azt mutatja, hogy a mechanikai jellemzők nagyobb mértékben megőrződtek.

A száltartóssági indexet vizuális vizsgálattal határoztuk meg a terméken, miután ezen a fent leírt hőkezelő öregítési eljárást elvégeztük. Részletesebben, a mintát szkennelő elektronmikroszkóp segítségével vizsgáltuk, és a felületet 1–5 jelzőszámokkal minősítettük, ahol 1 azt jelzi, hogy a szál felülete nem változott az öregítési tesztvizsgálati minta felületével összehasonlítva; 5 pedig azt jelenti, hogy a felület a korrózió következtében igen nagy mértékben károsodott.

A találmány szerinti készítményt és eljárást az alábbi példákon részletesen bemutatjuk.

Az A–D példákon bemutatjuk a találmány szerinti készítményeket, az E–H példák ezek közül a találmány szerinti előnyös készítmények. Az Y–Z példák összehasonlító példák. Az Y példában egy kis alumínium-oxid-, kis foszfát- és nagy kalciumtartalmú terméket mutatunk be, amelynek igen jó oldódási jellemzői vannak, azonban igen rossz visszanyerési jellemzőjű. A Z példában egy szokásos közetszálát mutatunk be, amely jellemző alumínium-oxid-tartalmú és kis foszfát-tartalmú. Ez a minta igen jó visszanyerési jellemzőkkel ren-

delkezik, azonban oldhatósági jellemzői igen rosszak. Valamennyi példa esetében a készítményt úgy állítjuk elő, hogy megfelelő mennyiségű nyersanyagot elegyítünk, majd redukáló körülmények között a keveréket kemencében olvasztjuk, és kaszkádekereselő technológia segítségével ezután szállá alakítjuk. Ezt követően MMVF terméké alakítjuk, amely termék 30 kg/m<sup>3</sup> sűrűségű, és kötőanyagtartalma 1,4%.

Az A–D példák esetében az eljárást úgy végeztük, hogy egy 100 kg-os elektromos kemencét alkalmaz-

tunk, amely szilícium-karbid-tégelyt tartalmaz. Az E–H példák esetében az eljárást kupolókemencében hajtottuk végre.

Egy jellemző töltet 36 tömeg% kvarchomokot, 17 tömeg% olivinhomokot, 12 tömeg% vasércet, 11 tömeg% dolomitot, 12 tömeg% MMVF hulladékot és 12 tömeg% cementet tartalmazott, azonban az adott keverék pontos összetétele változott, és emiatt minden egyes keverék esetében a példák során megfelelő összetétel-analízist végeztünk.

Példák	A	B	C	D	E	F	G	H	Y	Z
SiO <sub>2</sub> %	49,2	51,1	55,6	53,3	56,4	52,1	53,0	52,7	52,3	46,8
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	3,9	3,1	1,8	3,7	2,0	2,0	2,0	2,0	1,8	13,4
TiO <sub>2</sub> %	0,6	0,6	0,4	0,6	0,1	0,1	2,4	0,5	0,1	2,8
FeO%	5,1	9,6	8,8	5,7	7,2	7,6	8,2	7,1	0,5	6,3
CaO%	16,7	13,7	14,1	17,3	15,4	17,3	15,3	23,0	33,2	16,9
MgO%	16,4	11,5	11,7	15,4	14,3	15,3	14,3	10,1	11	9,6
Na <sub>2</sub> O%	0,5	0,5	0,1	0,4	<1	<1	<1	<1	<1	2,9
K <sub>2</sub> O%	0,4	0,5	0,6	0,5						1,2
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	7,1	9,5	6,8	3,1	3,6	4,6	3,6	<3,6	<0,1	<0,1
Zsugorodási hőmérséklet, °C	925	>1100	>1100	1025	–	–	–	–	–	–
Oldhatóság										
Stacionárius pH=4,5 nm/nap	9	6	2	1	–	–	–	–	–	–
Stacionárius pH=7,5 nm/nap	28	37	35	19	–	–	–	–	–	–
Átfolyási pH=7,5 nm/nap	–	–	–	–	75	75	50	100	102	1,5
Dinamikus visszanyerés (2) (nm)	–	–	–	–	96	78	95	78	57	90
Dinamikus visszanyerés (80%) (nm)	–	–	–	–	68	61	73	61	41	73
Tartóssági index	–	–	–	–	2	3	2	2	5	2
Átlagos szálátmérő (μm)	–	–	–	–	4,0	3,6	3,6	3,5	3,0	3,5

Az új szálakat bármely szokásos MMV szálformában nyerhetjük. Ennélfogva ezek lehetnek olyan termékek, amelyek laza és nem fonott szálakból állnak. Általában ezek olyan termékek, amelyek valamely kötőanyaggal kötött formájúak, például egy szálegyüttest képezünk, majd ezt kötőanyag jelenlétében szokásos eljárással gyűjtjük. Általában a terméket durva előfonal (lap), lemez vagy egyéb megfelelő alakkal rendelkező formában nyerjük.

A találmány szerinti termékek bármely szokásos célra alkalmazott MMV szálformává alakíthatók, és például lap, lemez, cső vagy egyéb alakú termék állítható elő, amely például hőszigetelésre, tűzszigetelésre vagy gyúlésgátlóként, továbbá védőszereként vagy zaj-

csökkentőként alkalmazható. Kívánt forma esetében a készítmény alkalmazható kertészeti tenyészalanyagként, illetve alapanyagközegként, vagy használható cementszilárdító szabad szál formában, műanyag-szilárdítóként vagy egyéb termékekben és töltőanyagként.

## SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Üvegszerű műrost szálak, *azzal jellemezve*, hogy egy olyan készítményből vannak előállítva, melynek összetétele az oxidokra számítva az alábbi:

SiO<sub>2</sub> 45–60 tömeg%,  
Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,5–4 tömeg%,

TiO <sub>2</sub>	0,1–4 tömeg%,
FeO	5–12 tömeg%,
CaO	10–25 tömeg%,
MgO	8–18 tömeg%,
Na <sub>2</sub> O	0–4 tömeg%,
K <sub>2</sub> O	0–2 tömeg%,
Na <sub>2</sub> O+K <sub>2</sub> O	0–6 tömeg%,
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	2–10 tömeg% és
egyéb	0–10 tömeg%.

2. Az 1. igénypont szerinti műrost szálak, *azzal jellemezve*, hogy a készítmény TiO<sub>2</sub>-tartalma 0,2–4 tömeg% és CaO-tartalma 10–20 tömeg%.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti műrost szálak, *azzal jellemezve*, hogy a készítmény SiO<sub>2</sub>-tartalma 50–60 tömeg%, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-tartalma 0,5–3 tömeg%, FeO-tartalma 6–10 tömeg% és P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-tartalma 3–9 tömeg%.

4. Az 1. igénypont szerinti műrost szálak, *azzal jellemezve*, hogy a készítmény az oxidokra számítva az alábbi összetételű:

SiO <sub>2</sub>	50–56 tömeg%,
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,5–2,5 tömeg%,
TiO <sub>2</sub>	0,1–1,5 tömeg%,
FeO	6–8 tömeg%,
CaO	15–25 tömeg%,
MgO	8–12 tömeg%,
Na <sub>2</sub> O	0–2 tömeg%,
K <sub>2</sub> O	0–2 tömeg%,
Na <sub>2</sub> O+K <sub>2</sub> O	0,1–3 tömeg%,
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	3–6 tömeg% és
egyéb	0–5 tömeg%.

5. A 4. igénypont szerinti műrost szálak, *azzal jellemezve*, hogy a készítmény CaO-tartalma 15–23 tömeg% és a MgO-tartalma 9–11 tömeg%.

5 6. Az 1–5. igénypontok bármelyike szerinti műrost szálak, *azzal jellemezve*, hogy a készítmény vastartalmának legalább 70 tömeg%-a vas(II) formában van.

7. Az 1–5. igénypontok bármelyike szerinti műrost szálak, *azzal jellemezve*, hogy viszkozitása 1400 °C hőmérsékleten 1,0–7,0 Pa·s közötti.

10 8. A 7. igénypont szerinti műrost szálak, *azzal jellemezve*, hogy viszkozitása 1400 °C hőmérsékleten 1,5–3,0 Pa·s közötti.

9. Az 1–8. igénypontok bármelyike szerinti műrost szálak, *azzal jellemezve*, hogy a szálak átfolyási oldódási sebessége pH 7,5 érték mellett legalább 60 nm/nap.

15 10. Az 1–9. igénypontok bármelyike szerinti műrost szálak, *azzal jellemezve*, hogy a szálak dinamikus kompressziós visszaalakulási indexe legalább 75 mm.

20 11. Az 1–10. igénypontok bármelyike szerinti műrost szálak, *azzal jellemezve*, hogy a szálak dinamikus kompressziós rugalmassági indexe 60 mm.

12. Az 1–11. igénypontok bármelyike szerinti műrost szálak, *azzal jellemezve*, hogy a szálak tartóssági indexe 2 értékig terjedhet.

25 13. Üvegszerű műrost termék, *azzal jellemezve*, hogy egy olyan 1. igénypont szerinti összetételű készítményből van előállítva, amelynél a műrost termék átfolyási oldódási sebessége pH 7,5 érték mellett legalább 60 nm/nap, és a dinamikus kompressziós visszaalakulási indexe legalább 75 mm és dinamikus kompressziós rugalmassági indexe legalább 60 mm.

30

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**